

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

**Defective images within this document are accurate representations of
the original documents submitted by the applicant.**

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **260 524 A1**

4(51) C 23 C 28/00

C 23 C 14/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 23 C / 302 851 0

(22) 18.05.87

(44) 28.09.88

(71) Technische Universität Karl-Marx-Stadt, PSF 964, Karl-Marx-Stadt, 9010, DD

(72) Hecht, Günter, Dr. sc. nat.; Kupfer, Hartmut, Dr. rer. nat.; Ackermann, Eckehardt, Dipl.-Phys.; Kampfrath, Gerit, Dr. sc. nat., DD

(54) Reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtung

(55) reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtung, organische Stoffe, Vakuumbeschichtungsverfahren, Schichtfolgen, Hartstoffschichten, Schichten organischer Stoffe, Dispersionsschichten aus beiden Stoffen

(57) Reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtungen werden vor allem bei Gleitpaarungen, Roll- und Gleitlagern sowie bei durch Abrieb beanspruchten Oberflächen technischer Gebilde, wie z. B. Kontakte, eingesetzt. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst, indem die Oberflächenbeschichtung aus einer mittels Vakuumbeschichtungsverfahren hergestellten Schichtfolge aus Hartstoffschichten der Dicke 10 nm bis 1000 nm und Schichten organischer Stoffe der Dicke 1 nm bis 100 nm oder einer Dispersionsschicht aus beiden Stoffen besteht, und eine Gesamtdicke zwischen 500 nm und 1 mm aufweist.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

1. Reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtung unter Verwendung organischer Stoffe, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Oberflächenbeschichtung aus einer mittels Vakuumbeschichtungsverfahren hergestellten Schichtfolge aus Hartstoffschichten der Dicke 10 nm bis 1000 nm und Schichten organischer Stoffe der Dicke 1 nm bis 100 nm oder einer Dispersionsschicht aus beiden Stoffen besteht, und die Oberflächenbeschichtung eine Gesamtdicke zwischen 500 nm und 1 mm aufweist.
2. Oberflächenbeschichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Schichtfolge aus einer Hartstoffschicht, wie Edelstahl, Nickelchrom, Ferrochrom oder Hartstoffen in Form von Nitriden, Carbiden, Boriden und Oxiden oder deren Mischverbindungen mit einer organischen Schicht aus einem fluorhaltigen Polymer besteht.
3. Oberflächenbeschichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Dispersionsschicht aus einer Hartstoffschicht mit eingelagertem Polymer besteht.
4. Oberflächenbeschichtung nach Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als organischer Stoff ein Plasmapolymere verwendet wird.
5. Oberflächenbeschichtung nach Anspruch 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Oberflächenbeschichtung als Kontaktschicht verwendet wird.

Anwendung der Erfindung

Reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtungen werden vor allem bei Gleitpaarungen, Roll- und Gleitlagern sowie bei durch Abrieb beanspruchten Oberflächen technischer Gebilde, wie z. B. Kontakte, eingesetzt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannt sind selbstschmierende metallische Dispersionsüberzüge, in die organische Teilchen solcher Stoffe eingelagert werden, die Schmiereigenschaften besitzen. Die Abscheidung der Metalle erfolgt galvanisch oder stromlos aus wässrigen Lösungen, in denen die organischen Teilchen suspendiert sind und in die wachsende Schicht eingebaut werden. In der DE-OS 3333121 wird über den Einbau von PTFE bzw. (CF)_n in Nickel berichtet, wobei die Korngröße der organischen Teilchen bei 500 nm liegen soll. Damit die Agglomeration der Teilchen verhindert und der Einbau von Teilchen mit einer Größe < 1 µm ermöglicht wird, müssen aber in den Bädern hohe Schergeschwindigkeiten (10 ms⁻¹ bis 60 ms⁻¹) aufrechterhalten werden. In DE-OS 3407283 wird über den Einbau von (Meth)-Acrylat- bzw. (Meth)-Acrylat-Styrol Copolymer-Teilchen in Chromatierschichten auf Zink- und Cadmiumoberflächen berichtet, wobei die Korngrößen der organischen Teilchen 0,1 µm betragen. Auch andere Feststoffschmiermittel sind bekannt geworden. So wird in DE-OS 3032469 über den Einbau von Graphitteilchen in Goldschichten berichtet, die elektrolytisch abgeschieden werden. In der DE-OS 3328067 werden Edelmetall und edelmetallhaltige Dispersionsüberzüge genannt, die ebenfalls Graphitteilchen enthalten. Ein schwer zu beherrschendes Problem stellt in all diesen Fällen die Verhinderung der Agglomeration des feindispersiven Feststoffes dar. Dazu sind entweder aufwendige Badbewegungen (DE 3333121) notwendig oder zusätzliche Suspensionsstabilisatoren (DE 3313871). Aufgrund der bisher eingesetzten galvanischen und stromlosen naßchemischen Verfahren sind als Matrixmaterial Metalle und Metallegierungen benutzt worden.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, die Reibung und den Verschleiß der Oberflächen von Gleitpaarungen, Roll- und Gleitlagern sowie von anderen technischen Gebilden wesentlich zu erniedrigen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, reibungsarme, verschleißmindernde und selbstschmierende Oberflächenbeschichtungen mittels Vakuumbeschichtungsverfahren und unter Verwendung organischer Stoffe bereitzustellen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst, indem die Oberflächenbeschichtung aus einer mittels Vakuumbeschichtungsverfahren hergestellten Schichtfolge aus Hartstoffschichten der Dicke 10 nm bis 1 µm und Schichten organischer Stoffe der Dicke 1 nm bis 100 nm oder einer Dispersionsschicht aus beiden Stoffen besteht, und die Oberflächenbeschichtung eine Gesamtschichtdicke von 500 nm bis 1 mm aufweist.

Als Materialien für die Hartstoffschicht, die wie eine Matrix wirkt, eignen sich vor allem Edelstähle, Nickel, Nickelchrom, Ferrochrom sowie die bekannten Hartstoffe in Form von Nitriden, Oxiden, Carbiden, Boriden und deren Mischverbindungen. Diese werden vor allem durch die Vakuumverdampfung, die Ionenzerstäubung, die Niederdruck-CVD, die Plasma-CVD sowie die Pa-PVD (plasma assisted-PVD) abgeschieden. Die eingelagerten organischen Partikel, die beispielsweise aus Polymeren

bestehen, werden durch Plasmapolymersation im Gasraum erzeugt und in die wachsende Schicht eingebaut. Die organischen Schichten, die mit dem Matrixmaterial ein Mikrolaminat bilden, können durch Vakuumverdampfung, Vakuumkondensation, Ionenzerstäubung und Plasmapolymersation abgeschieden werden.

Der Vorteil gegenüber den bekannten Oberflächenbeschichtungen besteht darin, daß mittels Vakuumbeschichtungsverfahren auch Matrixmaterialien abgeschieden werden können, die naßchemisch gar nicht bzw. nur mit hohem Aufwand abscheidbar sind. Auch die Palette der organischen Materialien erweitert sich durch die in-situ-Erzeugung der organischen Partikel und Schichten. Gleichzeitig kann im Vergleich zu bekannten Verfahren eine wesentlich homogenere Verteilung der organischen Partikel in einer steuerbaren Partikelgröße erreicht werden. Die organischen Partikel und Schichten in dem Matrixmaterial wirken wie ein eingelagertes Feststoffschmiermittel.

Dadurch wird die Reibung stark vermindert bei gleichzeitiger Aufrechterhaltung der anderen mechanischen und auch teilweise der elektrischen Parameter der Matrixmaterialien, so daß eine neue Klasse von Werkstoffen entsteht.

Die Erfindung wird an Ausführungsbeispielen weiter erläutert.

1. Auf eine Stahloberfläche werden Edelstahlschichten (X8CrNiTi 18, 10) durch DC-Magnetronzerstäubung bei einem Argondruck von $1,3 \cdot 10^{-1}$ Pa und einer Abscheiderate von $0,1 \mu\text{m min}^{-1}$ alternierend mit Polytetrafluorethylenschichten in einem Vakuumzyklus abgeschieden. Das Polytetrafluorethylen wird mittels RF-Magnetronzerstäubung (27,12 MHz) mit einer Abscheiderate von $0,01 \mu\text{m min}^{-1}$ aufgebracht. Die Edelstahlschichten sind 150 nm dick, während die PTFE-Schichten eine Dicke von 15 nm aufweisen. Es werden 20 Schichtfolgen aufgebracht mit einer Gesamtschichtdicke von ca. $3,3 \mu\text{m}$. Die Oberflächenbeschichtung ist festhaftend, hart und zeigt einen sehr geringen Reibwert von 0,15, gemessen gegen eine normale Stahloberfläche. Mit dieser Oberflächenbeschichtung vergütete Maschinenteile von Verarbeitungsanlagen, die einer trockenen Gleitreibung unterliegen, zeigten eine zehnfache Standzeit gegenüber unveredelten Teilen.
2. Auf einer Stahloberfläche befindet sich eine Dispersionsschicht, die durch simultane Magnetronzerstäubung eines Edelstahltargets (X8CrNiTi 18,10) und einer Plasmapolymersation von Tetrafluorethylen entsteht. Dazu wird bei einem Druck von $5 \cdot 10^{-1}$ Pa ein Gasgemisch benutzt, das zu je 50% aus Argon und Tetrafluorethylen besteht. Bei einer Abscheiderate von $0,05 \mu\text{m min}^{-1}$ wird eine Schicht von ca. $4 \mu\text{m}$ aufgebracht. Die Dispersionsschicht besteht aus einer Metallmatrix, in die plasmapolymersierte Tetrafluorethylenpartikel mit einem Durchmesser zwischen 5 und 100 nm eingelagert sind. Die erzielten Eigenschaften entsprechen im wesentlichen denen des Beispiels 1.
3. Beim Einsatz von Neusilber als Kontaktwerkstoff für Steckverbinder werden zur sicheren Kontaktgabe hohe Steckkräfte benötigt, die auf Grund des hohen Reibkoeffizienten hohe Betätigungskräfte und damit einen hohen Reibverschleiß bedingen. Durch Beschichtung mit einem Mikrolaminat, bestehend aus Neusilber (200 nm) und PTFE (10 nm) werden der Verschleiß und die Steckkraft soweit reduziert, daß 10^3 Steckzyklen bei einer Gesamtschichtdicke von $0,5 \mu\text{m}$ zu keinem Durchtrieb führen bei voller Gewährleistung der Kontaktsicherheit. Durch die Verringerung der Steckkraft kann die Polzahl des Steckverbinders verdoppelt werden.

Die Neusilberschichten (CuNi12Zn24) werden mittels Magnetronzerstäubung bei $p = 1,3 \cdot 10^{-1}$ Pa mit einer Rate von $0,3 \mu\text{m min}^{-1}$, die PTFE-Schichten mittels RF-Magnetronzerstäubung mit $0,01 \mu\text{m min}^{-1}$ alternierend abgeschieden.